

PRV

PATENT- OCH REGISTRERINGSVERKET
Patentavdelningen

4
S 600/66

Intyg
Certificat

REC'D	11 APR 2000
WIPO	PCT

Härmed intygas att bifogade kopior överensstämmer med de handlingar som ursprungligen ingivits till Patent- och registreringsverket i nedannämnda ansökan.

This is to certify that the annexed is a true copy of the documents as originally filed with the Patent- and Registration Office in connection with the following patent application.

(71) Sökande *Mecer Holdings Corp, Askim SE*
Applicant (s)

(21) Patentansökningsnummer 9900748-6
Patent application number

(86) Ingivningsdatum 1999-03-02
Date of filing

Stockholm, 2000-03-14

För Patent- och registreringsverket
For the Patent- and Registration Office

A. Södervall
Anita Södervall

Avgift
Fee

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

KOPPARÅTERVINNINGSFÖRFARANDETekniskt område

Föreliggande uppfinning hänför sig till teknikområdet återvinning av etsbad från en etsprocess där mönsterkort belagda med koppar etsas med det alkaliska etsbadet och sedan sköljs med vatten. Återvinning av koppar från ett sådant etsbad liksom återvinning av etsbadet i sig är i och för sig förut kända, men uppfinningen avser återvinning av koppar på ett i dessa sammanhang helt nytt och mycket fördelaktigt sätt.

10

Bakgrund till uppfinningen

Elektronisk utrustning är idag huvudsakligen uppbyggd av komponenter fastlödda på mönsterkort. Tillverkningen av dessa mönsterkort har ökat mycket snabbt. Avancerad elektronik, såsom exempelvis datorer, kräver mycket komplicerade mönsterkort och tillverkningen av dessa har inneburit att en specialindustri har vuxit upp.

Ett mönsterkort består av en platta av ett basmaterial, vilket ofta är en plast, t.ex. epoxi. Denna platta är på båda sidorna belagd med ett tunt (t.ex. ca 15-20 µm) kopparskikt.

Tillverkningen av dessa mönsterkort kan exempelvis ske på följande sätt. Enligt ett förutbestämt mönster borras hål av olika storlek i plattorna så att kanaler skapas mellan de båda sidorna och så att hål skapas, i vilka komponenter kan monteras. Därefter beläggs alla ytor med ett ca 2-4 µm tjockt skikt av koppar, som påföres på kemisk väg i stället för elektrokemiskt. Detta är nödvändigt eftersom hålväggarna utgörs av ett material (t.ex. epoxi) på vilket det inte går att använda sig av elektrokemisk plätering. På detta sätt har man sålunda skapat en hel och obruten koppanyta, vilken därefter kan beläggas med hjälp av elektrokemisk plätering.

Nästa steg i tillverkningen av mönsterkort innebär

1999 0 2

att man skapar det önskade ledningsmönstret. För detta ändamål beläggs de ytor som skall vara fria från koppar med en icke ledande skyddsfilm, och korten matas in i en s.k. elpläteringslinje. Denna linje innehåller en mängd olika bad, i vilka korten doppas.

I ett av dessa bad beläggs de exponerade kopparytorna med ytterligare koppar för åstadkommande av önskad tjocklek på ledare, varefter samma ytor beläggs med ett lager tenn, vilket kommer att fungera som skydd vid den senare etsningen.

Därefter vidtar etsningen av ifrågavarande mönsterkort, vilken vanligtvis sker med alkaliska lösningar. Dessa är företrädesvis ammoniakaliska och innehåller fri ammoniak och ett eller flera ammoniumsalter (t.ex. NH_4Cl , NH_4HCO_3). Vid etsningen avlägsnas koppar från de ytor av mönsterkortet där kopparskiktet är exponerat mot lösningen. Efterhand stiger kopparhalten i badet till en nivå, där etsningshastigheten avtar drastiskt och badet inte längre är användbart. Vanligtvis gäller att denna övre gräns för kopparhalten uppgår till ca 150-170 g/l, beroende på badets sammansättning i övrigt. Efter etsningen sköljs mönsterkorten rena med vatten.

Korten går därefter vidare för stripning av tenn och beläggning med lack och vax, mm.

Ett förfarande för regenerering av etsbadet vid en process av detta slag är förut känt genom EP-B1-0 005415. Detta förfarande kan anslutas direkt till etsprocessen och innebär kortfattat att etsbadet regenereras för ny användning vid en etsprocess, varvid koppar avlägsnas från etsbadet medelst extraktion. Förfarandet möjliggör även behandling av sköljvattnet så att detta därefter kan släppas ut i naturen på ett miljövänligt sätt. Den koppar som extraheras från etsbadet och företrädesvis även från sköljvattnet återvinnes som metallisk koppar genom elektrolyt.

Beskrivning av uppfinningen

Föreliggande uppfinding avser ett nytt och i detta sammanhang synnerligen fördelaktigt förfarande för återvinning av koppar från ett alkaliskt etsbad av ovan angivet slag. Enligt uppfindingen har det sålunda överraskande visat sig att man inte bara kan återvinna koppar från etsbadet och företrädesvis också från sköljvattnet på ett alternativt nytt sätt utan också återanvända återvunnen koppar i pläteringsprocessen. Generellt innehåller förfarandet enligt uppfindingen att kopparinnehållande lösning erhållen efter extraktionen från det alkaliska etsbadet direkt kan återanvändas vid pläteringens av mönsterkorten, om man från den från återextraktionssteget erhållna kopparinnehållande syralösningen avleder ett flöde och balanserar kopparhalten mellan detta flöde och den syralösning som uttas för utvinning av koppar, t.ex. metallisk koppar genom elektrolys. Härigenom reducerar man behovet av kostnadskrävande elektrolys för återvinning av metallisk koppar, samtidigt som man också reducerar eller elimineras behovet av tillsats av dyrbar anodkoppar vid plätringen. Dessutom kan man på ort och ställe direkt utnytta den återvinningskoppar som man tidigare enbart har kunnat sälja till ett pris av ca $\frac{1}{4}$ av priset för nämnda anodkoppar och detta med en kvalitet vid pläteringens som är minst lika bra eller t.o.m. bättre än kvaliteten vid plätering enligt tidigare kommersiellt använd pläterings-teknik.

En förutsättning för framgångsrik plätering, dvs med god ytjämnhet och god beläggning i hål och liknande, i samband med tidigare använd kommersiell metodik för el-plätering har dessutom varit tillsats av ett flertal olika kemikalier. Förutom att dessa kemikalier till viss del har varit icke-kompatibla med reagens använda vid extraktionen, och därmed måste avlägsnas enligt tidigare teknik, vilket har komplicerat och fördyrat processen, har det sålunda visat sig att användningen av dessa kemikalier kan reduceras eller helt elimineras vid förfarandet

enligt föreliggande uppfinning, om pläteringens utförelse
under speciella betingelser, i synnerhet pulsplätering.
Enligt uppfinningen har det sålunda visat sig att minst
lika goda resultat som enligt tidigare känd teknik kan
5 uppnås med denna nya metodik enligt uppfinningen, vilket
innebär avsevärda kostnadsmässiga och miljömässiga förde-
lar. Förutom att processen blir enklare och billigare
gäller dessutom att förfarandet enligt uppfinningen möj-
liggör en helt sluten eller kontinuerlig process, där
10 även pläteringssteget kan inkluderas i den tidigare kända
etsnings- och återvinningsprocessen.

Ytterligare fördelar med uppfinningen kommer att
framgå av nedanstående beskrivning.

I detta sammanhang kan det tilläggas att pulspläte-
ring av mönsterkort är i och för sig känd genom Proces-
sing of Advanced Materials (1994) 9, sid 148-154, men att
denna publikation inte på något sätt avslöjar eller ens
antyder att en sådan plätering skulle kunna integreras i
ett förfarande av det slag som föreliggande uppfinning
20 avser och ännu mindre under de betingelser och med de re-
sultat som gäller för densamma.

Förfarandet enligt uppfinningen är sålunda ett för-
farande för återvinning av koppar från ett alkaliskt, fö-
reträdesvis ammoniakaliskt, etsbad från en etsprocess,
25 där mönsterkort pläterade med koppar etsas med det alka-
liska etsbadet och sedan sköljs med vatten, varvid man
avlägsnar en del av kopparinnehållet i det alkaliska ets-
badet genom extraktion med en organisk lösning inne-
hållande ett reagens, som med koppar bildar en komplex
30 förening, vilken extraheras av den organiska lösningen,
återförlämnas till alkaliske etsbadet till förnyad etsning, i
ett återextraktionssteg bringar den organiska lösningen
innehållande koppar i kontakt med en vattenlösning av
syra, företrädesvis svavelsyra, så att koppar övergår
35 från den organiska lösningen till vattenlösningen, och
återförlämnas till återextraktionssteget till förnyad extraktion. Det utmärkande för förfaran-

det enligt uppfinnningen är härvid att man leder den från
återextraktionssteget erhållna kopparinnehållande syra-
lösningen till en operation för utvinning av koppar, fö-
reträdesvis för framställning av metallisk koppar genom
5 elektrolys, att man från den kopparinnehållande syralös-
ningen, före operationen för utvinning av koppar från
densamma, avleder ett flöde och reglerar kopparhalten i
detta flöde så att den blir lägre än kopparhalten i den
syralösning som används i operationen för utvinning av
10 koppar, och att man recirkulerar detta flöde med reglerad
kopparhalt till operationen för plätering av mörsterkort
för användning vid denna.

Enligt en föredragen utföringsform av förfarandet
avlägsnar men dessutom koppar från skölvattnet från et-
sprocessen genom extraktion med en organisk lösning inne-
hållande ett reagens, som med koppar bildar en komplex
förening vilken extraheras av den organiska lösningen.

En utföringsform av sistnämnda förfarande innebär härvid att man använder samma organiska lösning för sköljvattnet som för det alkaliska etsbadet och därvid först avlägsnar koppar från det alkaliska etsbadet, där-eftersom bringar den därvid erhållna kopparhaltiga organiska lösningen i kontakt med sköljvattnet och sedan utsätter den organiska lösningen för nämnda återextraktion.

25 En annan utföringsform av nämnda förfarande innebär att man använder samma organiska lösning för sköljvattnet som för det alkaliska etsbadet och därvid först avlägsnar koppar från sköljvattnet, därefter bringar den därvid erhållna kopparhaltiga organiska lösningen i kontakt med
30 det alkaliska etsbadet och sedan utsätter den organiska lösningen för nämnda återextraktion.

En speciellt föredragen utföringsform av förfarandet enligt uppfinningen innebär att detta utföres som ett slutet förfarande, där det pläterade mönsterkortet etsas med nämnda alkaliska etsbad och syralösningen från pläteringen utnyttjas för nämnda återextraktionssteg. Allra helst recirkuleras också syralösningen från operationen

för utvinning av koppar till återextraktionssteget eller -stegen.

Enligt uppföringen har det visat sig att utomordentliga resultat uppnås om man reglerar flödet så att
5 förhållandet kopparhalt i nämnda flöde:kopparhalt i nämnda syralösning blir $> 0,3:1$, företrädesvis $> 0,5:1$. Enligt en speciellt föredragen utföringsform av förfarandet enligt uppföringen reglerar man härvid flödet så att nämnda förhållande ligger inom intervallet $0,60:1-0,95:1$,
10 allra helst $0,75:1-0,95:1$.

Såsom antyddes ovan innebär en speciellt fördelaktig utföringsform av förfarandet att pläteringens utförelse i form av en pulsplätering. Med pulsplätering förstas härvid att man utför pläteringens med polvändning och/eller
15 varierande pulser för strömstyrka. Detta kan åstadkommas med lämplig likriktarutrustning. De varierande pulserna och/eller polvändningen kan vara regelbundet eller oregelbundet vågformade, lämpligen fyrkantformade. Beträffande denna teknik i sig gäller att uppgifter kan hämtas
20 från ovannämnda publikation avseende pulsplätering rent generellt, men enligt uppföringen har det visat sig att fördelaktiga resultat uppnås under speciella betingelser. Dessa betingelser kan sammanfattas enligt följande.

Pulspläteringens utförelse företrädesvis med en puls-
25 längd för de vågformade pulserna inom intervallet 1-500 ms, företrädesvis 10-50 ms. För dessa pulser gäller att man kan ha pulslängder som varierar inom de angivna intervallen eller att man arbetar med väsentligen samma, eller exakt samma, pulslängd för pulstoppar som för puls-
30 bottnar, dvs den tidsperiod under vilken de vågformade, företrädesvis fyrkantformade, pulserna ligger på maximal respektive minimal strömstyrka alternativt maximal strömstyrka för +-spänning respektive -spänning.

Företrädesvis reglerar man den tid under vilken
35 mönsterkortet fungerar som katod vid pulspläteringens till ett värde inom intervallet 1-200 s, speciellt 10-100 s.

Den tid under vilken mönsterkortet fungerar som anod vid pulspläteringens regleringar men företrädesvis till ett värde inom intervallet 0,1-20 s, speciellt 1-10 s.

5 Den maximala strömstyrkan under den period då mönsterkortet fungerar som katod vid pulspläteringens är lämpligen 10 A/dm², företrädesvis 5 A/dm² och allra helst 3 A/dm².

10 Den maximala strömstyrkan under den period då mönsterkortet fungerar som anod vid pulspläteringens är företrädesvis 40 A/dm², ännu hellre 10 A/dm² och allra helst 5 A/dm².

15 Generellt gäller härvid att den genomsnittliga strömstyrkan då mönsterkortet fungerar som anod är större än den genomsnittliga strömstyrkan då mönsterkortet fungerar som katod.

Enligt uppfinnningen har det vidare visat sig att utomordentliga resultat uppnås om man reglerar kopparhalten för det till pläteringens recirkulerade flödet till ett värde inom intervallet 5-100 g/l, företrädesvis 10-50 g/l, ännu hellre 15-30 g/l och allra helst 20-25 g/l.

För en sådan reglering gäller att en reglering av kopparhalten för den till pläteringens recirkulerade strömmen genom tillsats av syra från återextraktionssteget har visat sig fungera synnerligen bra.

25 Generellt gäller företrädesvis samma storleksordning för kopparhalten i den syralösning som används i operationen för utvinning av koppar, dock med den för uppfinnningen väsentliga regleringen av förhållandet mellan kopparhalterna i sagda flöde resp. sagda syralösning. Operationen för utvinning av koppar är lämpligen, men inte nödvändigtvis, en operation för utvinning av metallisk koppar genom elektrolyt. Detaljer för sådan elektrolyt i sig kan hämtas från den kända tekniken.

35 För syrahalten, eller halten av anjon från den syra som används vid återextraktionen, vilken företrädesvis är sulfat, då den föredragna syran är svavelsyra, gäller generellt att den regleras till ett värde inom intervallet

25-500 g/l, företrädesvis 50-200 g/l. Detta gäller både syralösningen för operationen för utvinning av koppar och flödet för plätering, vilka dessutom lämpligen har väsentligen, eller exakt, samma syrahalt.

5 En annan variant av förfarandet enligt uppföringen representeras av det fall då man efter plätering av koppar vändar polariteten för pläteringens så att man därigenom kan utnyttja tidigare pläterad koppar som ett buffertslagare av koppar i den händelse att mängden koppar som
10 fås från extraktionen understiger behovet vid plätering-
en.

En annan stor fördel med uppföringen är, såsom har antyts ovan, att det nya förfarandet enligt uppföringen möjliggör pulsplätering helt utan tillsatser av det slag
15 som tidigare har använts vid icke-pulsplätering av mönsterkort. Förutom att detta givetvis innebär stora ekonomiska vinster har detta också bidragit till att plätringen över huvudtaget har kunnat integreras på det beskrivna fördelaktiga sättet vid ett kopparåtervinningsförfarande av det angivna slaget.

Bland andra faktorer som påverkar pläteringens kan nämnas halten av alkaliskt ämne härrörande från etsbadet samt halten av organiskt material härrörande från extraktionen. Enligt uppföringen har det sålunda visat sig att utomordentliga resultat kan uppnås vid förfarandet enligt uppföringen om man före pläteringens reducerar, och företrädesvis eliminerar, halten av nämnda alkaliska ämne och/eller halten av nämnda organiska material i den till pulspläteringens recirkulerade strömmen.

30 Denna reducering eller dessa reduceringar kan göras i olika skeden av förfarandet enligt uppföringen, men en speciellt föredragen utföringsform representeras av det fall där ifrågavarande reducering(ar) utförs med hjälp av ett eller flera separata vattentvättningssteg i anslutning till den utrustning som används för extraktionen.
35 Sådana vattentvättningssteg införlivas företrädesvis före det sista steget av extraktionsprocessen.

Ifrågavarande reducering(ar) kan också utföras med hjälp av ett eller flera filter, företrädesvis filter av typ kolfilter och/eller ultrafilter. Även sådana filter kan placeras in på olika ställen i processen, men en fördelaktig placering är i den separata slinga som representeras av det till pläteringens recirkulerade flödet.

En annan fördelaktigt utföringsform av förfarandet enligt uppfinningen representeras av det fall då man före pläteringens avlägsnar kolloidal koppar, företrädesvis med hjälp av ett eller flera filter, speciellt ultrafilter, från den till pulspläteringens recirkulerade strömmen.

Såsom kommer att belysas mera nedan i samband med de på ritningen visade utföringsformerna har man vid extraktionen enligt tidigare teknik utnyttjat mixer-settler-anordningar för ifrågavarande extraktion. Enligt uppfinningen har det nu dock visat sig att speciellt gynnsamma resultat vid pläteringens kan uppnås om dessa mixer-settleranordningar helt eller delvis ersätts med en eller flera extraktorer. Sådana extraktorer är givetvis i och för sig förut kända men har sålunda visat sig ge fördelaktiga resultat i samband med uppfinningen. Med extraktor menas härvid i princip en anordning där ovannämnda settler i mixer-settleranordningen är utbytt mot en centrifug eller annat separeringsorgan där energi tillförs utifrån, till skillnad från en settler, som i princip bygger på utnyttjande av tyngdkraften.

Ritning

Fig. 1 visar schematiskt en utföringsform av förfarandet enligt uppfinningen, och Fig. 2 visar schematiskt en alternativ utföringsform av den mixer-settler-anläggning som ingår i anläggningen visad i Fig. 1.

De komponenter som ingår i den i Fig. 1 visade anläggningen samt deras funktion kan kortfattat beskrivas enligt följande.

De kort som skall etsas transporteras på en transportör 33 genom en etskammare 28 och därefter genom en

tvättkammare 34. Etslösning pumpas med hjälp av en pump 32 från en behållare 30 via en ledning 31 till ett perforerat rör 29 inuti etskammaren 28 och sprayas över de kort som skall etsas. Vatten pumpas medelst en pump 38 5 från en behållare 36 via en ledning 37 till ett perforerat rör 35 inuti tvättkammaren 34 och sprayas över de kort som skall tvättas. Färskvatten tillföres via en ledning 39.

Den förbrukade etslösningen pumpas genom en ledning 10 1 till en mixer-settleranläggning med ett första extraktionssteg 2, ett andra extraktionssteg 3 och ett återextraktionssteg 4.

I det första extraktionssteget bringas badet i kontakt med en organisk lösning tillförd via en ledning 5. 15 Erhållet raffinat får passera ett avsättningssteg 7 för avskiljning av små ickeseparerade organiska droppar, varefter det leds genom ett filter 8 med aktivt kol, innan det lagras i en buffertank 9. Den regenererade lösningen 10 återförs till etsprocessen.

Den organiska extraktlösning som lämnar nämnda mixer-settler 2 via en ledning 11 bringas i det andra extraktionssteget 3 i kontakt med tvättvattnet härrörande från behållaren 36 via en ledning 12.

Den organiska lösningen lämnar nämnda mixer-settler 25 3 via en ledning 14. Tvättvattnet lämnar nämnda mixer-settler 3 via en ledning 13. Natriumhydroxid sättes till tvättvattnet genom en ledning 15, och det erhållna alkaliska vattnet leds in i en behållare 16 innehållande ett vertikalt rör 44. Detta rör 44 har öppna ändar upptill 30 och nedtill och innehåller ett värmeelement 45, med hjälp av vilket vattnet i röret bringas att koka. Röret 44 är försett med ett grenrör 46, som sträcker sig in i en sedimentationsbehållare 17. Ammoniak drivs bort från det kokande vattnet i röret 44, vilket resulterar i utfällning 35 av kopparhydroxid. Kokningen resulterar i förhöjd vattennivå i röret 44, vilket leder till att vatten strömmar över i sedimentationsbehållaren 17 via det gre-

nade röret 46. Den utfällda kopparhydroxiden bildar ett skikt 47 på bottnen av sedimentationsbehållaren 17. Vattnet kan avrinna från sedimentationsbehållaren 17 via en ledning 18.

5 Den organiska lösning som matas till ifrågavarande mixer-settler 4 genom ledningen 14 bringas i kontakt med en svavelsyralösning, som tillförs via en ledning 19. Syralösningen avgår via en ledning 20.

10 Den organiska lösningen från återextraktionen recirkuleras via ledningen 5 till steget för extraktion av koppar.

15 Svavelsyralösningen leds via ledningen 20 till en flotationstank 21 innehållande ett filter 22 (aktivt kol). Droppar av organisk lösning som har separerats från den vattenbaserade vätskan bildar ett ytskikt 42. De sista spåren av organisk vätska avlägsnas i filtret 22. Lösningen leds via en ledning 40 till en förråds- eller buffertank 23.

20 Från denna tank 23 pumpas en del av den från återextraktionssteget erhållna kopparinnehållande syralösningen genom ledningarna 24 och 25 till en elektrolyscell 26, där koppar utvinnes elektrolytiskt på titankatoder 41. Elektrolyten 27 recirkuleras till tanken 23. En del av den genom ledningen 24 pumpade lösningen recirkuleras via 25 en ledning 19 till återextraktionssteget 4.

30 En andra del av lösningen från tanken 23 pumpas med hjälp av pumpen 101 via ledningen 107 samt via ett partikelfilter 102 och ett kolfilter 103 till en pläteringscell 112. 111 representerar den syra som används för pläteringen, under det att 110 representerar en pump för cirkulation av den för pläteringen använda syran.

35 Pläteringscellen 112 styrs av en likriktare 109 med pulsering och polvändning. Från pläteringscellen 112 pumpas via en pump 104, som styrs av nivån vid pläteringen, och genom ledningen 108 den förbrukade syralösningen tillbaka till förrådstanken 23. På denna väg passerar lösningen ett partikelfilter 105 och ett kolfilter 106.

Generellt gäller att man känner av kopparhalten i pläteringskretsen och doserar elektrolyt från elektrolyskretsen till pläteringens då nämnda kopparhalt understiger ett förutbestämt värde.

5 Den i Fig. 2 visade alternativa utföringsformen av mixer-settleranläggningen 2-4 i Fig. 1, där de hänvisningsbeteckningar som är gemensamma med anläggningen visad i Fig. 1 har bibehållits, innehåller som extra steg ett separat steg 3A för tvättning med vatten, så att det
10 flöde som senare avleds för plätering blir reducerat på ämnen eller material härrörande från etsbadet och eventuellt även extraktionen. Denna mixer-settleranordning är i övrigt avsedd att fungera som anordningen i Fig. 1.

15 EXEMPEL

I en anläggning av det slag som visas i Fig. 1 på ritningen utfördes en serie försök enligt de specifikationer som redovisas i efterföljande Tabeller 1-3.

Celler fylldes med syra från en återvinningsanläggning av visat slag. I pläteringscellen hängdes 2 st anoder med dimensionerna 150 x 150 mm. Mellan anoderna placerades en platta enligt panelspecifikationen i försöksresultaten. Storleken på plattan var 100 x 100 mm och antalet hål var 10 st per platta. Avståndet mellan anod och katod var 100 mm.

Därefter startades cirkulationen av syra och luftinblåsning. Denna luftinblåsning är till för att skapa omrörning i badet men är inte alltid nödvändig. Likriktaren slogs på och kördes med de inställningar som anges i Tabellerna. Efter 10 min slogs likriktaren av och panelerna togs ut och sköljdes med vatten..

Panelerna sågades av mitt i hålen och sågkanten slipes så att man i mikroskop skulle kunna mäta beläggning i hål i förhållande till beläggning på ytan. En del av panelen användes för utförande av böjprov för bestämning av hur stor töjning de klarade.

Pulsationskurvorna visar de tider och strömmängder som användes för beläggning respektive upplösning.

Beträffande erhållna resultat kan man speciellt notera att de uppmätta värdena på töjning (minst ca 40% är utomordentligt goda, då man i normalfallet för mönsterkort kräver en töjning på minst 15-20% och vid mycket speciella tillfällen ca 25-30%. Ett annat krav är god beläggning i hål, där man eftersträvar ett värde på 1:1 avseende förhållande hål:yta, vilket värde tidigare ofta 10 har varit svårt att uppnå eller åtminstone krävt stora och dyra tillsatser av olika tillsatsmedel vid plätering- en. Våra försök visar att vi kan nå ända upp -till 3:1 och aldrig ligger under 1:1.

En annan kvalitativ fördel som en följd av att till- 15 satsmedel eller kemikalier inte används vid plätering- en är att det inte heller blir några sådana förureningar i använd koppar, vilket har en gynnsam effekt på kopparens ledningsegenskaper.

Ytterligare en kvalitativ fördel är att det är myck- 20 et lätt att anpassa förfarandet till olika typer av mönsterkort genom modifiering av inställningarna på likrikta- ren. Detta låter sig inte göras vid användning av kemika- lier, eftersom det i så fall är stora volymer av vätskor som skall justeras.

1000 1 0 0

PATENTKRAV

1. Förfarande för återvinning av koppar från ett alkaliskt, företrädesvis ammoniakaliskt, etsbad från en etsprocess där mönsterkort pläterade med koppar etsas med det alkaliska etsbadet och sedan sköljs med vatten, varvid man avlägsnar koppar från det alkaliska etsbadet genom extraktion med en organisk lösning innehållande ett reagens, som med koppar bildar en komplex förening, vilken extraheras av den organiska lösningen, återförl till alkaliska etsbadet till förnyad etsning, i ett återextraktionssteg bringar den organiska lösningen innehållande koppar i kontakt med en vattenlösning av en syra, företrädesvis svavelsyra, så att koppar övergår från den organiska lösningen till vattenlösningen, och återförl den organiska lösningen från återextraktionssteget till förnyad extraktion, kännetecknat av att man ledar den från återextraktionssteget erhållna kopparinnehållande syralösningen till en operation för utvinnning av koppar, företrädesvis för framställning av metallisk koppar genom elektrolys, att man från den kopparinnehållande syralösningen, före operationen för utvinnning av koppar från densamma, avleder ett flöde och reglerar kopparhalten i detta flöde så att den blir lägre än kopparhalten i den syralösning som används i operationen för utvinnning av koppar, och att man recirkulerar detta flöde med reglerad kopparhalt till operationen för plätering av mörterkort för användning vid denna.

2. Förfarande enligt krav 1, kännetecknat
av att man även avlägsnar koppar från sköljvattnet från
etsprocessen genom extraktion med en organisk lösning in-
nehållande ett reagens, som med koppar bildar en komplex
förening vilken extraheras av den organiska lösningen.

3. Förfarande enligt krav 2, kännetecknadt
av att man använder samma organiska lösning för skölj-
vattnet som för det alkaliska etsbadet och därvid först
avlägsnar koppar från det alkaliska etsbadet, därefter

bringar den därvid erhållna kopparhaltiga organiska lösningen i kontakt med sköljvattnet och sedan utsätter den organiska lösningen för nämnda återextraktion.

4. Förfarande enligt krav i, kännetecknat
5 av att man använder samma organiska lösning för skölj-
vattnet som för det alkaliska etsbadet och därvid först
avlägsnar koppar från sköljvattnet, därefter bringar den
därvid erhållna kopparhaltiga organiska lösningen i kon-
takt med det alkaliska etsbadet och sedan utsätter den
10 organiska lösningen för nämnda återextraktion.

5. Förfarande enligt något av de föregåenda kraven, kännetecknat av att det utföres som ett slutet förfarande, där det pläterade mönsterkortet etsas med nämnda alkaliska etsbad och syralösningen från plätering-
en utnyttjas för nämnda återextraktionssteg.

6. Förfarande enligt något av de föregående kraven, kännetecknat av att man reglerar kopparhalten så att förhållandet kopparhalt i nämnda flöde:kopparhalt i nämnda syralösning blir $> 0,3:1$, företrädesvis $> 0,5:1$.

7. Förfarande enligt krav 6, kännetecknats av att man reglerar kopparhalten så att förhållandet ligger inom intervallet 0,60:1 - 0,95:1, företrädesvis 0,75:1 - 0,95:1.

25 8. Förfarande enligt något av de föregående kraven, kännetecknat av att man utför plätering i form av en pulsplätering med vågformade, företrädesvis fyrkantformade pulser för strömstyrka.

9. Förfarande enligt något av de föregående kraven,
kännetecknat av att man utför plätering i
form av en pulsplätering med polvändning.

10. Förfarande enligt något av kraven 8 och 9,
k ä n n e t e c k n a t a v att man utför pulspläte-
ringen med en pulslängd för de vågformade pulserna inom
intervallet 1-500 ms, företrädesvis 10-50 ms.

11. Förfarande enligt något av kraven 8-10, kännetecknat av att man reglerar den tid under

vilken mönsterkortet fungerar som katod vid pulsplätringen till ett värde inom intervallet 1-200 s, företrädesvis 10-100 s.

12. Förfarande enligt något av kraven 8-11, kännetekniskt av att man reglerar den tid under vilken mönsterkortet fungerar som anod vid pulsplätering till ett värde inom intervallet 0,1-20 s, företrädesvis 1-10 s.

13. Förfarande enligt något av kraven 8-12, kännetekniskt av att den maximala strömstyrkan under den period då mёнsterkortet fungerar som katod vid pulsplätering är 10 A/dm^2 , företrädesvis 5 A/dm^2 och allra helst 3 A/dm^2 .

14. Förfarande enligt något av kraven 8-13, kännetekniskt av att den maximala strömstyrkan under den period då mёнsterkortet fungerar som anod vid pulsplätering är 40 A/dm^2 , företrädesvis 10 A/dm^2 och allra helst 5 A/dm^2 .

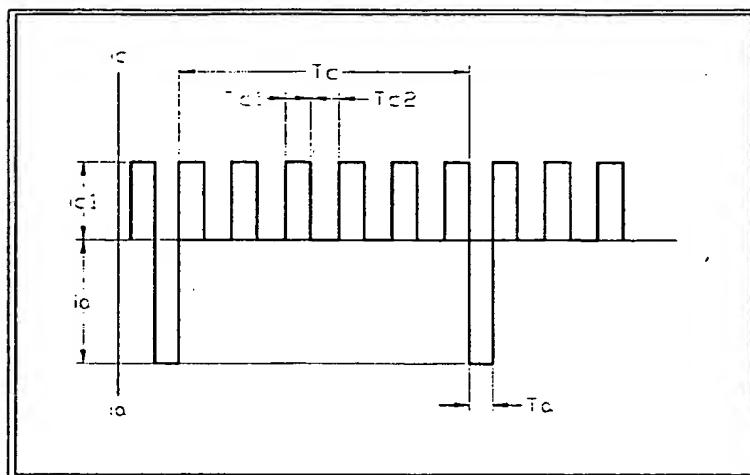
15. Förfarande enligt något av de föregående kraven, kännetekniskt av att man reglerar kopparhalten för det till pläteringens recirkulerade flödet genom tillsats av syra från återextraktionssteget.

16. Förfarande enligt något av de föregående kraven, kännetekniskt av att man reglerar kopparhalten för det till pläteringens recirkulerade flödet till ett värde inom intervallet 5-100 g/l, företrädesvis 10-50 g/l.

17. Förfarande enligt krav 16, kännetekniskt av att man reglerar nämnda kopparhalt till ett värde inom intervallet 15-30 g/l, företrädesvis 20-25 g/l.

18. Förfarande enligt något av de föregående kraven, kännetekniskt av att man reglerar halten av anjon från den använda syran, företrädesvis svavelsyra, till ett värde inom intervallet 25-250 g/l, företrädesvis 50-200 g/l, i flödet använt vid pläteringens.

19. Förfarande enligt något av de föregående kraven, kännetecknadt av att halten av anjon från den använda syran är väsentligen densamma i operationen för utvinning av koppar som i pläteringsoperationen.
- 5 20. Förfarande enligt något av kraven 8-19, kännetecknadt av att man utför pulspläteringen utan tillsatser av det slag som används vid icke-pulsplätering av mönsterkort.
- 10 21. Förfarande enligt något av de föregående kraven, kännetecknadt av man reducerar halten av alkaliskt ämne, företrädesvis ammoniak, härrörande från etsbadet och/eller reducerar halten av organiskt material härrörande från extraktionen i det till pläteringen recirkulerade flödet innan detta utsättes för pläteringen.
- 15 22. Förfarande enligt krav 21, kännetecknat att nämnda reducering(ar) utförs med hjälp av ett eller flera separata vattentvättningssteg i anslutning till den utrustning som används för extraktionen.
- 20 23. Förfarande enligt något av kraven 21 och 22, kännetecknadt att nämnda reducering(ar) utförs med hjälp av ett eller flera filter, företrädesvis kolfilter och/eller ultrafilter.
- 25 24. Förfarande enligt något av de föregående kraven, kännetecknadt att man före pläteringen avlägsnar kolloidal koppar, företrädesvis med hjälp av ett eller flera filter, speciellt ultrafilter, från det till pläteringen recirkulerade flödet.
- 30 25. Förfarande enligt något av de föregående kraven, kännetecknadt att man som utrustning för nämnda extraktion utnyttjar en eller flera extraktorer av det slag där separationen sker medelst utifrån tillförd energi.

Tabell 1.**Kemisk specifikation**

Kopparhalt	Syrahalt	Kloridhalt	Temperatur	Airflow	Cirkulation
20,5 g/l	145 g/l	40 ppm	23 grad. C	25 l/min	300 l/tim

Panelspecifikation

Tjocklek	Baskoppar	Kemkoppar	Håldiameter
1,6 mm	17 micron	6 micron	0,8 mm

Elektrisk specifikation

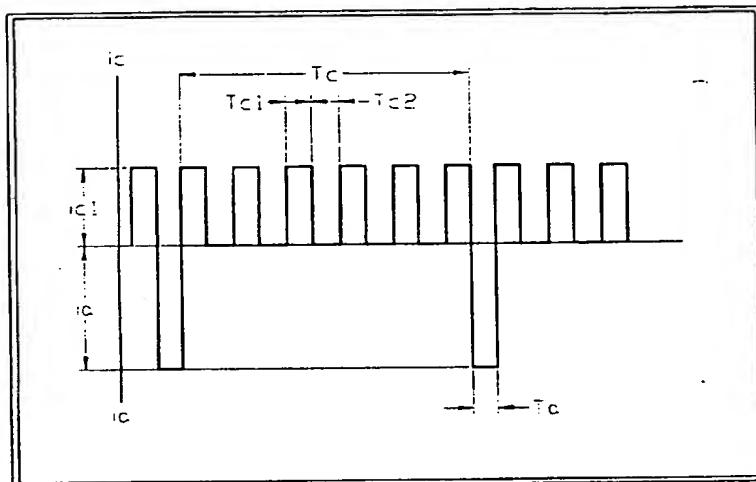
Panel nr.	i_c (A/dm ²)	i_a (A/dm ²)	T_c (sek)	T_{c1} (msek)	T_{c2} (msek)	T_a (sek)
1	3	4,5	60	20	20	8
2	3	4,5	20	20	20	8
3	3	4,5	20	40	40	8
4	2	3	60	20	20	8
5	2	3	20	20	20	8
6	2	3	20	40	40	8

Resultat

Panel nr.	Q_a/Q_c	Hål-Yta förh.	T_c+T_a	Töjning	Anmärkning
1	0,2	1,0	68	41	
2	0,6	1,4	28	40	
3	0,6	1,5	28	44	
4	0,2	1,0	68	42	
5	0,6	1,8	28	42	
6	0,6	1,7	28	46	

1989

Tabell 2.



Kemisk specifikation

Kopparhalt	Syrahalt	Kloridhalt	Temperatur	Air flow	Cirkulation
20,5 g/l	145 g/l	40 ppm	23 grad. C	25 l/min	300 l/tim

Panelspecifikation

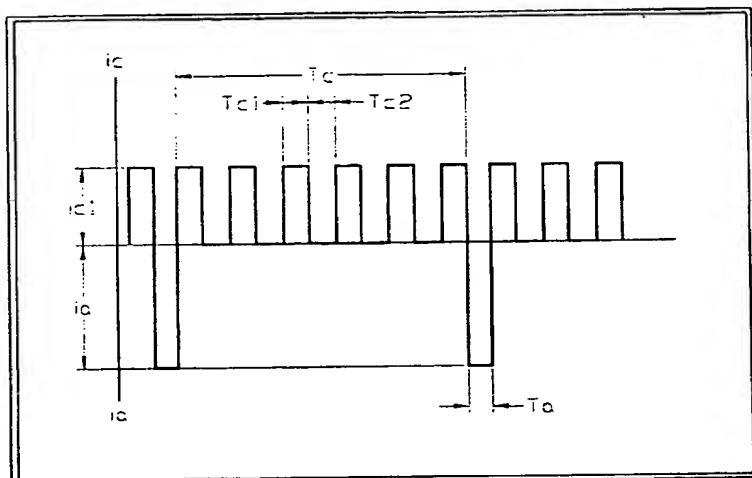
Tjocklek	Baskoppar	Kemkoppar	Håldiameter
1,6 mm	17 micron	6 micron	0,4 mm

Elektrisk specifikation

Panel nr.	ic (A/dm ²)	ia (A/dm ²)	Tc (sek)	Tc1 (msek)	Tc2 (msek)	Ta (sek)
1	3	4,5	60	20	20	8
2	3	4,5	20	20	20	8
3	3	4,5	20	40	40	8
4	2	3	60	20	20	8
5	2	3	20	20	20	8
6	2	3	20	40	40	8

Resultat

Panel nr.	Qa/Qc	Hål-Yta förh.	Tc+Ta	Töjning	Anmärkning
1	0,2	1,3	68	40	
2	0,6	2,6	28	40	
3	0,6	2,7	28	43	
4	0,2	1,5	68	42	
5	0,6	3,0	28	41	
6	0,6	2,8	28	47	

Tabell 3.**Kemisk specifikation**

Kopparhalt	Syrahalt	Kloridhalt	Temperatur	Airflow	Cirkulation
22,5 g/l	140 g/l	40 ppm	23 grad. C	25 l/min	300 l/tim

Panelspecifikation

Tjocklek	Baskoppar	Kemkoppar	Håldiameter
1,6 mm	17 micron	6 micron	0,8 mm

Elektrisk specifikation

Panel nr.	iC (A/dm ²)	iA (A/dm ²)	Tc (sek)	Tc1 (msek)	Tc2 (msek)	Ta (sek)
1	3	4,5	60	20	20	8
2	3	4,5	20	20	20	8
3	3	4,5	20	40	40	8
4	2	3	60	20	20	8
5	2	3	20	20	20	8
6	2	3	20	40	40	8

Resultat

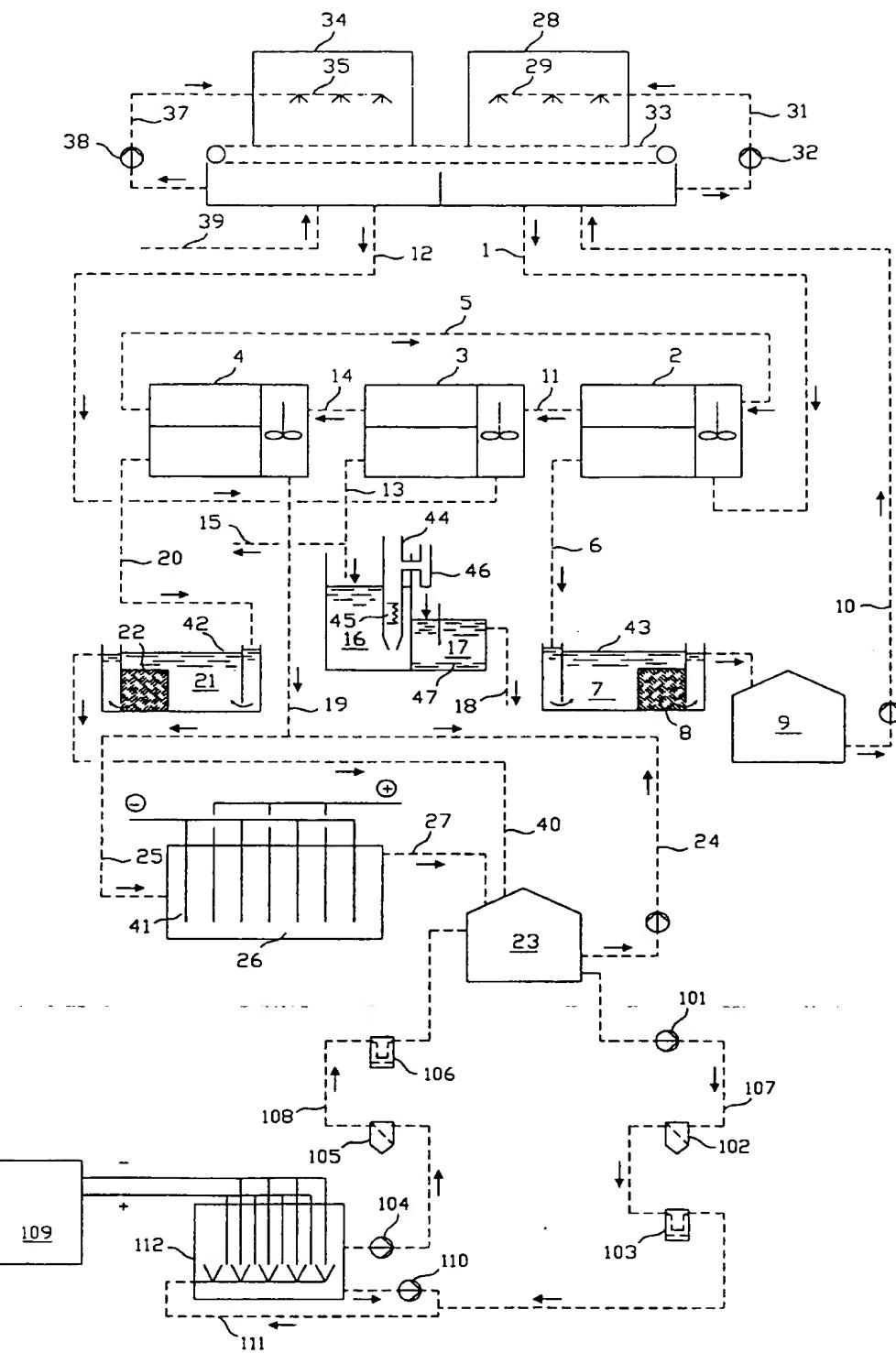
Panel nr.	Qa/Qc	Hål-Yta förh.	Tc+Ta	Töjning	Anmärkning
1	0,2	0,9	68	39	
2	0,6	1,4	28	39	
3	0,6	1,4	28	42	
4	0,2	1,1	68	40	
5	0,6	1,8	28	41	
6	0,6	1,6	28	43	

SAMMANDRAG

Förfarande för återvinning av koppar från ett alkaliskt etsbad från en etsprocess där mönsterkort pläterade
5 med koppar etsas med det alkaliska etsbadet och sedan
sköljs med vatten, varvid koppar avlägsnas genom extrak-
tion med en organisk lösning, från vilken den återextra-
heras i en syralösning. Denna syralösning leds till en
operation för utvinning av koppar, t.ex. genom elektro-
10 lys, men före denna kopparutvinning avleds ett flöde,
vari kopparhalten regleras till ett värde under värdet
för syralösningen för utvinning av koppar, och vilket ut-
nyttjas för pläteringen av mönsterkort.

1936.07.01

Fig. 1.



1960 3 2

Fig. 2.

